

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年 12 月 23 日 (23.12.2004)

PCT

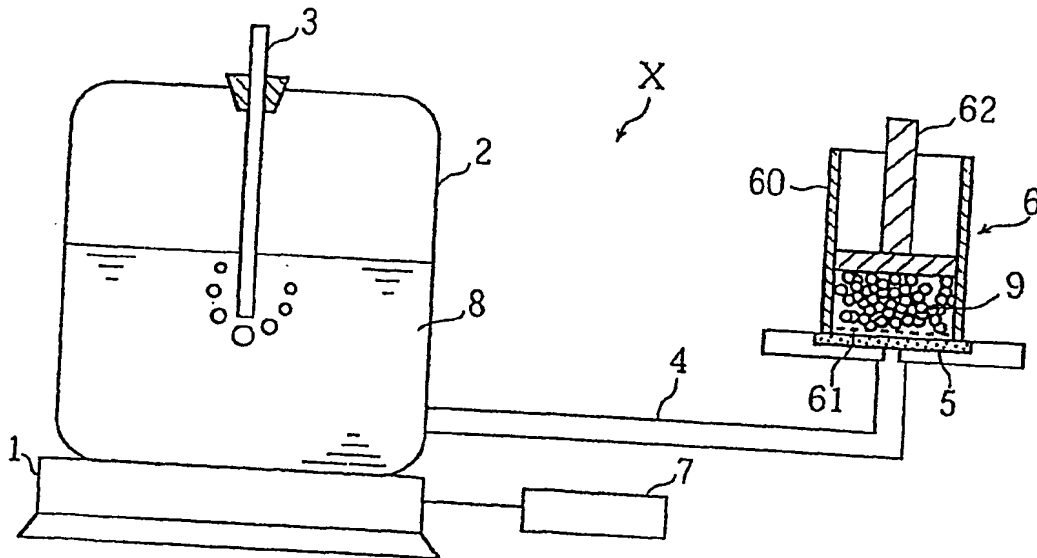
(10) 国際公開番号  
WO 2004/110328 A1

- (51) 国際特許分類: A61F 13/53, A61L 15/60, B01J 20/26
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/008377
- (22) 国際出願日: 2004 年 6 月 9 日 (09.06.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2003-169595 2003 年 6 月 13 日 (13.06.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友精化株式会社 (SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒675-0145 兵庫県 加古郡 播磨町宮西 3 4 6 番地の 1 Hyogo (JP).
- (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 吉野 一寛 (YOSHINO, Kazuhiro) [JP/JP]; 〒672-8076 兵庫県 姫路市 飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社 機能樹脂研究所内 Hyogo (JP). 川北 知紀 (KAWAKITA, Tomoki) [JP/JP]; 〒672-8076 兵庫県 姫路市 飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社 機能樹脂研究所内 Hyogo (JP). 縄田 康博 (NAWATA, Yasuhiro) [JP/JP]; 〒672-8076 兵庫県 姫路市 飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社 機能樹脂研究所内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 細田 芳徳 (HOSODA, Yoshinori); 〒540-6591 大阪府 大阪市 中央区大手前一丁目 7 番 3 1 号 OMM ビル 5 階 私書箱 2 6 号 細田国際特許事務所内 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,

[続葉有]

(54) Title: ABSORBING MATERIAL AND ABSORPTIVE ARTICLE USING THE SAME

(54) 発明の名称: 吸収体およびそれが用いられた吸収性物品



(57) Abstract: An absorbing material comprising an absorbing resin and a hydrophilic fiber, characterized in that the absorbing resin exhibits a physiological saline absorption (a) of 60 to 100 g/g and a physiological saline holding capacity (b) of 45 to 80 g/g, and the physiological saline absorption (a) and the physiological saline holding capacity (b) satisfy the following formula: [physiological saline absorption (a)]  $\geq$  [physiological saline holding capacity (b)] + 15; and an absorptive article comprising a liquid-permeable sheet and a liquid-impermeable sheet and, being held between them, the above absorbing material.

(57) 要約: 吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体であって、前記吸水性樹脂の生理食塩水吸水量(a)が60~100g/g、生理食塩水保水量(b)が45~80g/gであり、生理食塩水吸水量(a)および生理食塩水保水量(b)が式: [生理食塩水吸水量(a)]  $\geq$  [生理食塩水保水量(b)] + 15の関係を満足することを特徴する吸収体、ならびに前記吸収体を液体透過性シートと液体不透過性シートとの間に保持してなる吸収性物品。

WO 2004/110328 A1



DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG,

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

## 明 細 書

### 吸収体およびそれが用いられた吸収性物品

#### 技術分野

本発明は、吸収体およびそれが用いられた吸収性物品に関する。さらに詳しくは、紙おむつ、失禁パッド、生理用ナプキン等の衛生材料に好適に用いられる吸収体およびそれが用いられた吸収性物品に関する。

#### 背景技術

紙おむつ、生理用ナプキン、失禁者用パッド、母乳パッド等の吸収性物品は、身体に接触する側に配された液体透過性シートと、身体と接触する側の反対側に配された液体不透過性シートとの間に、吸収体が保持された構造を有している。また、吸収体は、体から排泄される尿や血液等の水性液体を吸収保持する作用を有し、水性液体を吸収、保持する吸水性樹脂と、親水性繊維とから構成されている。

近年、吸収性物品の薄型化が進んでおり、吸収体においては、薄型化しても吸水量を低下させないために、吸水量および保水量が低く、嵩高い親水性繊維の量を少なくし、吸水量および保水量の高い吸水性樹脂の量を多くする傾向がある。このような吸収体およびそれが用いられた吸収性物品としては、例えば、ある特定の性質に着目した吸水性樹脂を使用した吸収体およびそれが用いられた吸収性物品が知られている（例えば、米国特許第5 1 4 7 3 4 3号明細書、特開平5 - 2 0 0 0 6 8号公報、特開平6 - 2 5 4 1 1 8号公報および特表平9 - 5 1 0 8 8 9号公報参照）。

しかしながら、前記吸収体およびそれが用いられた吸収性物品は、吸収時の漏れ、吸収後の逆戻りという点において、十分に満足しうるものではない。また、吸収体中の吸水性樹脂の量を多くすることによって、経費がかさんだり、重量感が増したり、触感が硬くなる等の問題がある。

そこで、近年、吸収体中の吸水性樹脂の量を多くすることなく、水性液体の逆戻り量が少なく、浸透速度が速く、拡散性に優れた薄型化が可能な吸収体の開発が望まれている。

## 発明の開示

本発明の目的は、吸収体中の吸水性樹脂の量を多くすることなく、水性液体の逆戻り量が少なく、浸透速度が速く、拡散性に優れた吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を提供することにある。

すなわち、本発明は、吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体であって、前記吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）が60～100 g/g、生理食塩水保水量（b）が45～80 g/gであり、生理食塩水吸水量（a）および生理食塩水保水量（b）が式：

$$[\text{生理食塩水吸水量 (a)}] \geq [\text{生理食塩水保水量 (b)}] + 15$$

の関係を満足することを特徴する吸収体に関する。

生理食塩水吸水量（a）が100 g/g、生理食塩水保水量（b）が80 g/gである吸水性樹脂は、ラジカル重合開始剤として自己架橋反応の少ないアゾ系ラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤を添加して反応させることにより得られる。また、生理食塩水吸水量（a）が60 g/g、生理食塩水保水量（b）が45 g/gである吸水性樹脂は、アゾ系ラジカル重合開始剤以外のラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤および／または金属を添加して反応させることにより得られる。

## 図面の簡単な説明

図1は、加圧下吸水量を測定するための装置の概略説明図である。

## 発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品について説明する。

なお、吸収性物品としては、例えば、紙おむつ、失禁パッド、生理用ナプキン、母乳パッド等の使い捨て衛生材料等が挙げられるが、本発明は、かかる例示のみに限定されるものではない。

本発明の吸収性物品は、水性液体を吸収・保持する吸収体を、水性液体が通過することのできる液体透過性シート（トップシート）と、水性液体が通過することができない液体不透過性シート（バックシート）との間に保持した構造を有している。液体透過性シートは、身体と接触する側に配されており、液体不透過性シートは、身体と接触することがない側に配されている。

液体透過性シートとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド等からなる不織布、多孔質の合成樹脂シート等が挙げられるが、本発明は、かかる例示のみに限定されるものではない。

液体不透過性シートとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル等の合成樹脂からなるフィルム、これらの合成樹脂と不織布との複合材料からなるシート等が挙げられるが、本発明はかかる例示のみに限定されるものではない。

液体透過性シートおよび液体不透過性シートの大きさは、吸収性物品の用途によって異なるので一概に決定することができない。したがって、かかる大きさは、その用途に応じて適宜調整することが好ましい。

液体透過性シートおよび液体不透過性シートの坪量は、吸収性物品の用途によって異なるので一概に決定することができない。例えば、吸収性物品が使い捨ておむつである場合、これらの坪量は、それぞれ、通常、 $10 \sim 300 \text{ g/m}^2$  が好ましく、 $15 \sim 200 \text{ g/m}^2$  がより好ましい。

本発明の吸収体は、吸水性樹脂と親水性繊維とから構成されている。吸収体における吸水性樹脂の含有量は、吸収体の薄型化の観点から、5重量%以上60重量%未満が好ましく、10～50重量%がより好ましい。

親水性繊維としては、例えば、木材から得られる綿状パルプ、メカニカルパルプ、ケミカルパルプ、セミケミカルパルプ等のセルロース繊維、レーヨン、アセテート等の人工セルロース繊維等が挙げられる。親水性繊維は、ポリアミドやポ

リエステル、ポリオレフィン等の合成繊維を含有していてもよい。親水性繊維は、これらに限定されるものではない。

吸収体の構成としては、例えば、吸水性樹脂と親水性繊維を均一にブレンドしたミキシング構造、層状の親水性繊維の間に吸水性樹脂を保持したサンドイッチ構造、吸水性樹脂と親水性繊維とをティッシュでくるんだ構造等が挙げられるが、本発明は、かかる例示のみに限定されるものではない。なお、本発明の吸収体には、補強材として合成繊維が含まれていてもよい。

吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）は、得られる吸収体の逆戻り量を低減させる観点から、 $60\text{ g/g}$ 以上、好ましくは $65\text{ g/g}$ 以上であり、ゲル強度を強くし、薄型の吸収体に用いたとき、水性液体を拡散させることができ、逆戻り量を低減させる観点から、 $100\text{ g/g}$ 以下、好ましくは $90\text{ g/g}$ 以下である。これらの観点から、吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）は、 $60\sim100\text{ g/g}$ 、好ましくは $65\sim90\text{ g/g}$ である。

なお、生理食塩水吸水量（a）が上限値である吸水性樹脂は、ラジカル重合開始剤として自己架橋反応の少ないアゾ系ラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤を添加して反応させることによって得ることができ、また、生理食塩水吸水量（a）が下限値である吸水性樹脂は、アゾ系ラジカル重合開始剤以外のラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤および／または金属を添加して反応させることによって得ることができる。

吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）は、後述する「（1）生理食塩水吸水量」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

吸水性樹脂の生理食塩水保水量（b）は、吸収体の逆戻り量を低減させる観点から、 $45\text{ g/g}$ 以上、好ましくは $50\text{ g/g}$ 以上であり、ゲル強度を強くし、薄型の吸収体に用いたとき、水性液体を拡散させることができ、逆戻り量を低減させる観点から、 $80\text{ g/g}$ 以下、好ましくは $70\text{ g/g}$ 以下である。これらの観点から、吸水性樹脂の生理食塩水保水量（b）は、 $45\sim80\text{ g/g}$ 、好ましくは $45\sim70\text{ g/g}$ 、さらに好ましくは $50\sim70\text{ g/g}$ である。

なお、生理食塩水保水量（b）が上限値である吸水性樹脂は、ラジカル重合開

始剤として自己架橋反応の少ないアゾ系ラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤を添加して反応させることによって得ることができ、また、生理食塩水保水量（b）が下限値である吸水性樹脂は、アゾ系ラジカル重合開始剤以外のラジカル重合開始剤を用い、重合反応の際に、連鎖移動剤および／または金属を添加して反応させることによって得ることができる。

吸水性樹脂の生理食塩水保水量（b）は、後述する「（2）生理食塩水保水量」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

本発明に用いられる吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）と生理食塩水保水量（b）は、式：

$$[\text{生理食塩水吸水量 (a)}] \geq [\text{生理食塩水保水量 (b)}] + 15$$

の関係を満足する。生理食塩水吸水量（a）と生理食塩水保水量（b）が前記式の関係を満足しない場合には、吸水性樹脂がままこになりやすく、浸透性および拡散性が低下し、薄型の吸収体に用いたときに、逆戻り量が増加し、吸収体としての性能が低下する。

吸水性樹脂の0.49 kPaの加圧下における生理食塩水吸水量は、水性液体の拡散性に優れ、高い飽和吸水能を得る観点から、吸水開始から60分経過後において、55 g/g以上、好ましくは60 g/g以上、より好ましくは65 g/g以上、さらに好ましくは70～100 g/gであることが望ましい。

なお、吸水性樹脂の0.49 kPaの加圧下における生理食塩水吸水量は、後述する「（3）0.49 kPa加圧下における吸水開始から60分経過後の生理食塩水吸水量」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

また、吸水性樹脂が吸水を開始し、一定時間経過後において、加圧下吸水量が少ない場合には、加圧下において吸収体の吸収量が少なくなる。すなわち、吸収体は、水性液体の拡散を阻害することなく、多量の水性液体を吸収する反面、吸収性物品の使用時、吸収体に対して荷重が加わったときに、吸水性樹脂の吸水量が少ないと吸収体の吸収量が少なくなる。したがって、吸水性樹脂の2.07 kPaの加圧下における生理食塩水吸水量は、吸水開始から60分経過後において

、 $20\text{ g/g}$ 以上、好ましくは $25\text{ g/g}$ 以上、さらに好ましくは $25\sim 50\text{ g/g}$ であることが望ましい。

なお、吸水性樹脂の $2.07\text{ kPa}$ の加圧下における生理食塩水吸水量は、後述する「(4)  $2.07\text{ kPa}$ 加圧下における吸水開始から60分経過後の生理食塩水吸水量」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

吸水性樹脂の渦時間は、吸水性樹脂の吸水速度を高め、吸収性物品が水性液体をすみやかに吸収し、ドライ感を得るようにする観点から、100秒以内、好ましくは90秒以内、さらに好ましくは80秒以内であることが望ましい。

なお、吸水性樹脂の渦時間は、後述する「(6) 渦時間」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

吸水性樹脂の重量平均粒子径は、小粒子の存在割合を少なくし、粉立ち等による粉体の取扱い性の悪化を抑制するとともに、吸収体中でゲルブロッキング（吸液後に、膨潤したゲル同士が接触して吸水性樹脂の粒子間が閉塞する現象）が発生するのを抑制する観点から、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上、好ましくは $250\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることが望ましく、また、水性液体の拡散性を高め、吸収性物品を快適に使用しうるようにする観点から、 $500\text{ }\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $390\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。これらの観点から、吸水性樹脂の重量平均粒子径は、 $200\sim 500\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは $250\sim 390\text{ }\mu\text{m}$ であることが望ましい。

なお、吸水性樹脂の重量平均粒子径は、後述する「(5) 重量平均粒子径」に記載されている測定方法にしたがって測定されたときの値である。

吸水性樹脂としては、例えば、アクリル酸塩重合体架橋物、ビニルアルコール／アクリル酸塩共重合体の架橋物、無水マレイン酸グラフトポリビニルアルコール架橋物、架橋イソブチレン／無水マレイン酸共重合体、カルボキシメチルセルロースのアルカリ塩架橋物、澱粉／アクリロニトリルグラフト共重合体の加水分解物等が挙げられる。これらの中では、アクリル酸塩重合体架橋物が好ましい。これらの吸水性樹脂は、通常、親水性不飽和単量体を重合または共重合させた後、架橋することによって得られる。



親水性不飽和単量体は、特に限定されるものではなく、重合用として通常用いられているものであればよい。

親水性不飽和単量体としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸等の $\alpha$ 、 $\beta$ -不飽和カルボン酸およびこれらの中和物から選ばれる1種以上を含む単量体等が挙げられる。これらの中では、アクリル酸、メタクリル酸およびこれらの中和物が好ましい。

親水性不飽和単量体は、必要により、他の単量体と共重合させてもよい。他の単量体としては、例えば、(メタ)アクリルアミド〔「(メタ)アクリル」とは「アクリル」および「メタクリル」を意味する。以下同じ〕、N-置換(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレート等のノニオン性親水性基含有単量体；N, N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド等の含アミノ基不飽和単量体；ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸およびそれらの塩等のスルホン酸系単量体等が挙げられる。

親水性不飽和単量体は、通常、水溶液の状態で用いられる。親水性不飽和単量体水溶液における親水性不飽和単量体の濃度は、25重量%～飽和濃度であることが好ましい。

吸水性樹脂の中和度は、該吸水性樹脂中の酸基のモル数に基づいて、20～100モル%、好ましくは30～90モル%であることが望ましい。吸水性樹脂の中和は、その原料である単量体に対して行ってもよく、重合中または重合後に行ってもよい。

吸水性樹脂を中和する塩としては、例えば、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩等が挙げられるが、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属塩が好ましい。

吸水性樹脂の重合方法としては、特に限定されないが、逆相懸濁重合法、水溶液重合法、バルク重合法、沈殿重合法等が挙げられる。これらの重合方法の中では、吸水性および重合の制御の容易さの観点から、逆相懸濁重合法および水溶液重合法が好ましい。

以下に、親水性不飽和単量体を重合または共重合させる方法として、逆相懸濁重合法を例にとって説明するが、重合方法はこれに限定されるものではない。

逆相懸濁重合法では、界面活性剤および高分子保護コロイドのうち、少なくとも一方の存在下で、有機溶媒中に親水性不飽和単量体水溶液を分散させた状態にし、例えば、ラジカル重合開始剤等を用いることにより、重合が行われる。

有機溶媒としては、例えば、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、リグロイン等の脂肪族炭化水素溶媒；シクロペンタン、メチルシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂環族炭化水素溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素溶媒等を挙げることができる。これらの有機溶媒の中では、*n*-ヘプタンおよびシクロヘキサンが好ましい。

界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル、モノ脂肪酸グリセリン、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ラウリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、(トリ)イソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンヘキシルデシルエーテル等の非イオン界面活性剤；脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルメチルタウリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルスルホン酸塩等のアニオン界面活性剤等が挙げられる。

高分子保護コロイドとしては、例えば、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレンオキサイド、無水マレイン化ポリエチレン、無水マレイン化ポリブタジエン、無水マレイン化エチレンプロピレンジエンターポリマー等が挙げられる。

これら界面活性剤および高分子保護コロイドは、2種類以上を混合して用いて

もよい。

界面活性剤および高分子保護コロイドの使用量は、親水性不飽和単量体の合計量に対して、好ましくは0.1～5重量%、より好ましくは0.2～3重量%である。界面活性剤および高分子保護コロイドの使用量が0.1重量%未満の場合、親水性不飽和単量体水溶液の分散が不十分となる傾向があり、5重量%を超える場合、使用量に見合う効果が見られず経済的でないようになる傾向がある。

重合を開始させる際には、ラジカル重合開始剤を用いることができる。ラジカル重合開始剤としては、例えば、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオンアミド)二塩酸塩、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)2塩酸塩、4, 4'-アゾビス-4-シアノバレイン酸、2-シアノ-2-プロピルアゾホルムアミド、ジメチル-2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオン酸)等のアゾ系ラジカル重合開始剤、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム等の水溶性ラジカル重合開始剤を使用することが好ましい。

ラジカル重合開始剤の使用量は、親水性不飽和単量体の合計量に対して、0.005～1モル%であることが好ましい。ラジカル重合開始剤の使用量が0.005モル%未満の場合、重合時間が長くなる傾向があり、1モル%を超える場合、重合が急激に進行するため、重合反応の制御が難しくなる傾向がある。

重合反応を行う際の重合温度は、使用するラジカル重合開始剤および親水性不飽和単量体の種類、単量体水溶液の濃度等によって異なるが、通常、好ましくは20～110℃、より好ましくは40～90℃である。重合時間が20℃よりも低い場合、重合時間が長くなる傾向があり、110℃よりも高い場合は、重合熱の除去が困難となり、円滑な重合反応を行うことが難しくなる傾向がある。反応時間は、通常、0.1～4時間である。

ここで、得られる吸水性樹脂の吸水量および保水量を高める観点から、2個以上の重合性不飽和基や2個以上の反応性基を有する内部架橋剤を用いて、内部架

橋させてもよい。また、重合反応の際に、連鎖移動剤および／または金属を添加して反応させてもよい。

内部架橋剤としては、例えば、N, N' -メチレンビス(メタ)アクリルアミド、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンジ(メタ)アリルエーテル、トリアリルアミン等の1分子中にエチレン性不飽和基を2個以上有する化合物；(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリントリグリシジルエーテル等のポリグリシジルエーテル等が挙げられる。これらは、重合系中での反応性および水溶性を考慮したうえで、それぞれ単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。内部架橋剤の中では、ポリグリシジルエーテルが好ましい。

内部架橋剤の使用量は、親水性不飽和単量体の合計量に対して、3重量%以下、好ましくは1重量%以下、さらに好ましくは0.5重量%以下である。内部架橋剤の使用量が3重量%を超える場合、吸水性樹脂の吸水量が低下する傾向がある。

連鎖移動剤としては、特に限定されず、エタントール、プロパンチオール、ドデカンチオール、1-ブタンチオール、チオグリコール酸、チオリンゴ酸、ジメチルジチオカルバミン酸、ジエチルジチオカルバミン酸、L-システイン、次亜リン酸、蟻酸、およびそれらの塩類；イソプロパノール等が挙げられる。

連鎖移動剤の使用量は、単量体の合計量に対して、0.001~1モル%、好ましくは0.005~0.3モル%である。連鎖移動剤の使用量が0.001モル%未満の場合、それを使用する効果が十分に得られにくくなる傾向があり、1モル%を超える場合、ゲル強度が低くなる傾向がある。

金属としては、遷移金属、13族典型金属および14族典型金属が挙げられる。遷移金属としては、例えば、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、クロム、モリブデン、タングステン、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、パラジウム、白金、銅、銀、金、亜鉛、カドミウム、水銀等が挙げられる。13族典型

金属としては、例えば、アルミニウム、ガリウム等が挙げられる。14族典型金属としては、例えば、スズ、鉛等が挙げられる。これらの金属は、単体として用いてもよく、金属化合物として用いてもよい。

金属化合物としては、例えば、シュウ酸塩、塩化物塩、過塩素酸塩、臭化物塩、ヨウ化物塩、酸化物、過酸化物塩、炭酸塩、リン化物、フッ化物、硫化物塩、硝酸塩、硫酸塩、亜硫酸塩、窒化物塩、ホスフィン酸塩、酢酸塩、水酸化物塩、チオシアン酸塩、硫酸アンモニウム塩、硫酸カリウム塩、シアン化物塩、アジ化物塩、リン酸塩、(オルト)ケイ酸塩、ケイ化物塩、クロム酸塩、ホウ化物塩等が挙げられる。これらの中では、鉄または銅の単体が好ましい。

金属の使用量は、前記親水性不飽和単量体の合計量に対して、0.1～5ミリモル%である。金属の使用量が0.1ミリモル%未満の場合、使用する効果が十分に得られにくくなる傾向があり、また、5ミリモル%を超える場合、ゲル強度が低くなる傾向がある。

吸水性樹脂は、前記の方法等により親水性不飽和単量体をラジカル重合させた後、カルボキシル基と反応性を有する官能基を2個以上含有する架橋剤を作用させ、後架橋を行うことによって調製することが好ましい。

後架橋とは、吸水性樹脂の表面近傍部分を架橋し、内部に比べて表面近傍部分の架橋密度を高めることである。後架橋を施した樹脂粒子は、後架橋を施さないものに比べて、吸収時のゲルが硬くなり、ゲルブロッキング（吸液後に、吸水性樹脂粒子間が閉塞する現象）を起こしにくいため、吸収時の拡散性を良好に維持することができる。よって、後架橋を施した場合、吸収開始初期の段階における、液体の拡散を制御することができるとともに、吸水開始から一定時間経過後においては、そのゲルの硬さによって、飽和吸水量を確保することができるため、逆戻り量を低減することができる。

後架橋剤としては、吸水性樹脂中のカルボキシル基と反応しうるものが用いられる。例えば、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ)プロピレングリコールジグリシジルエーテル、(ポリ)グリセロールポリグリシジルエーテル、グリシドール等のエポキシ化合物；(ポリ)エチレングリコール、

(ポリ)プロピレングリコール、(ポリ)グリセリン、ジオール類、トリメチロールプロパン等の多価アルコール化合物；ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアミン化合物等が挙げられ、これらは、それぞれ単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

後架橋剤の使用量は、前記単量体の合計量に対して、好ましくは0.01～5重量%、より好ましくは0.02～4重量%、さらに好ましくは0.03～3重量%である。後架橋剤の使用量が0.01重量%未満の場合、吸水性樹脂の表面近傍部分の架橋密度を十分に高めることができず、ゲル強度が低下する傾向があり、5重量%を超える場合、吸水性樹脂の表面近傍部分の架橋密度が高くなりすぎるため、吸水量が低くなる傾向がある。

後架橋剤の添加形態は、特に限定されないが、後架橋剤を吸水性樹脂に対して均一に分散しながら添加するためには、後架橋剤を水等の親水性溶媒に溶解して添加することが好ましい。また、前記後架橋剤は1回以上の複数回に分割して添加してもよい。

前記重合方法で得られた吸水性樹脂を乾燥し、水分および有機溶剤を除去することにより、吸水性樹脂を製造することができる。得られた吸水性樹脂は、必要に応じて、ふるい等で分級してもよい。

かくして得られた吸水性樹脂には、吸水時における膨潤ゲルの安定性向上を目的として、安定剤を添加することもできる。安定剤を用いた場合、吸収した液体中に存在しうる微量金属やビタミンC等の生理活性物質を化学的に不活性化し、膨潤ゲルの吸水量の経時的低下を防止することができる。

安定剤としては、特に限定されず、例えば、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸水素ナトリウム等の還元性無機塩、没食子酸、没食子酸プロピル、ブチロヒドロキシアニソール、トリフェニルホスファイト等の有機酸化防止剤等が挙げられる。

安定剤の使用量は、安定剤の種類にもよるが、吸水性樹脂100重量部に対して、0.001～10重量部、好ましくは0.01～5重量部であることが望ましい。なお、安定剤の使用方法としては、例えば、吸水性樹脂の内部に浸透させ

る方法、吸水性樹脂の表面近傍に付着させる方法、親水性繊維に混合して吸収体中に均一に分散させる方法、液体透過性シートと吸収体の間に層状に分散させる方法等が挙げられる。これらの方法の中では、安定剤を効率的に用いるため、吸水性樹脂の表面近傍に付着させる方法がより好ましい。

## 実施例

次に、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

### 製造例 1

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、温度計および窒素ガス導入管を備えた 1 0 0 0 m L 容の五つ口円筒型丸底フラスコに、n-ヘプタンを 3 4 0 g、ショ糖脂肪酸エステル〔三菱化学（株）製、商品名：S-370〕0.92 gを加え、分散、昇温して溶解後、55℃まで冷却した。

これとは別に、500 mL容の三角フラスコに、80重量%アクリル酸水溶液 92 g（1.02モル）を加えた。これに、外部から冷却しつつ、30重量%水酸化ナトリウム水溶液 102.2 g（0.76モル）を滴下して、アクリル酸の75モル%を中和した。さらに、水50.2 g、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウム0.11 g（0.41モル）および内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテル 9.2 mgを添加し、1段目重合用の単量体水溶液を調製した。

この1段目重合用の単量体水溶液を、前記の五つ口円筒型丸底フラスコに、攪拌下で全量加えて分散させ、系内を窒素で十分に置換した後に昇温し、浴温を70℃に保持して、重合反応を1時間行った後、重合スラリー液を室温まで冷却した。

別の500 mL容の三角フラスコに、80重量%アクリル酸水溶液 119.1 g（1.32モル）を加え、冷却しつつ30重量%水酸化ナトリウム水溶液 132.2 g（0.99モル）を滴下して、アクリル酸の75モル%を中和し、さら

に水 27.4 g、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウム 0.14 g、内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテル 35.7 mg を添加し、2 段目重合用の単量体水溶液を調製し、氷水浴内で冷却した。

この 2 段目重合用の単量体水溶液を、前記重合スラリー液に全量添加後、再び系内を窒素で十分に置換した後に昇温し、浴温を 70 °C に保持して、2 段目の重合反応を 2 時間行った。重合終了後、120 °C の油浴で加熱し、共沸蒸留により水分のみを系外に除去し、ゲル状物を得た。引き続き、2 重量% エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液 8.44 g を添加し、さらに水分および n-ヘプタンを蒸留により除去して乾燥し、吸水性樹脂 (A) 213.5 g を得た。

## 製造例 2

製造例 1 において、1 段目および 2 段目の重合用単量体水溶液に用いたラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに 2, 2'-アゾビス (2-アミジノプロパン) 二塩酸塩〔和光純薬工業 (株) 製、品番: V-50〕を用い、その使用量を 1 段目に 0.09 g (0.33 ミリモル)、2 段目に 0.12 g (0.44 ミリモル) に変更した以外は、製造例 1 と同様の方法で、吸水性樹脂 (B) 212.4 g を得た。

## 製造例 3

製造例 1 において、1 段目の重合用単量体水溶液に内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテルを使用せず、2 段目の重合用単量体水溶液に用いた内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテルの使用量を 35.7 mg から 11.9 mg に変更した以外は、製造例 1 と同様の方法で、吸水性樹脂 (C) 214.5 g を得た。

## 製造例 4

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、温度計および窒素ガス導入管を備えた 2000 mL 容の四つ口円筒型丸底フラスコに、アクリル酸 21.6 g、37 重量%



アクリル酸ナトリウム水溶液 228.6 g、架橋剤としてN, N'-メチレンビスアクリルアミド 0.0925 g、イオン交換水 53 gを加え、モノマー濃度が35%、中和率が75%の単量体水溶液を得た。この単量体水溶液に過硫酸カリウム 0.15 gを溶解させ、窒素ガスを吹き込んで溶存酸素を追い出した後に昇温し、浴温を65℃に保持して、重合反応を1時間行った。重合終了後、120℃の油浴で加熱し、水分を系外に除去し、ゲル状物を得た。引き続き、2重量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液 4.22 gを添加し、さらに水分を蒸留により除去して乾燥し、吸水性樹脂 (D) 112.4 gを得た。

#### 製造例 5

製造例 4 において、内部架橋剤のN, N'-メチレンビスアクリルアミドを使用しなかった以外は、製造例 4 と同様の方法で、吸水性樹脂 (E) 114.5 gを得た。

#### 製造例 6

製造例 1 において、1 段目の重合用単量体水溶液に内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテルを使用せず、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番: V-50〕0.09 g (0.33ミリモル)を用い、また、2 段目の重合用単量体水溶液に用いた内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテルの使用量を35.7 mgから11.9 mgに、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番: V-50〕0.12 g (0.44ミリモル)を用いた以外は、製造例 1 と同様の方法で、吸水性樹脂 (F) 214.5 gを得た。

#### 製造例 7

製造例 1 において、1 段目の重合用単量体水溶液に内部架橋剤のエチレングリ

コールジグリシジルエーテルを使用せず、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番: V-50〕0.09g(0.33ミリモル)を用い、また、2段目の重合用単量体水溶液に用いた内部架橋剤のエチレングリコールジグリシジルエーテルの使用量を35.7mgから11.9mgに、ラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番: V-50〕0.12g(0.44ミリモル)を用い、さらに、得られたゲル状物に添加する、2重量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液の使用量を8.44gから12.66gに変更した以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂(G)215.2gを得た。

#### 製造例 8

製造例1において、1段目および2段目の重合用単量体水溶液に、1-ブタンチオールを1段目に0.028g(0.31ミリモル)、2段目に0.035g(0.39ミリモル)添加した以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂(H)216.5gを得た。

#### 製造例 9

製造例1において、1段目および2段目の重合用単量体水溶液に、鉄を1段目に0.051mg(0.0002ミリモル)、2段目に0.066mg(0.0011ミリモル)添加した以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂(I)212.5gを得た。

#### 製造例 10

製造例1において、1段目および2段目の重合用単量体水溶液に用いたラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番: V-50〕を用い、その使用量を1段目に0.09g(0.33ミリモル)、2段目に0.12g(0.44

ミリモル)に変更した以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂211.2gを得た。得られた吸水性樹脂に亜硫酸ナトリウム2.2gを添加、混合して吸水性樹脂(J)213.4gを得た。

#### 製造例11

製造例1において、1段目および2段目の重合用単量体水溶液に用いたラジカル重合開始剤の過硫酸カリウムの代わりに2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩〔和光純薬工業(株)製、品番:V-50〕を用い、その使用量を1段目で0.09g(0.33ミリモル)、2段目で0.12g(0.44ミリモル)に変更し、また、得られたゲル状物に添加する2重量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液の使用量を8.44gから16.88gに変更した以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂(K)218.2gを得た。

#### 製造例12

製造例1において、得られたゲル状物に添加する2重量%エチレングリコールジグリシジルエーテル水溶液を使用しなかった以外は、製造例1と同様の方法で、吸水性樹脂(L)218.2gを得た。

次に、得られた吸水性樹脂を以下の方法にしたがって評価した。その結果を表1に示す。

##### (1) 生理食塩水吸水量

吸水性樹脂2gを、1000mL容のビーカー中で生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)1000gに分散し、1時間穏やかに攪拌して十分膨潤させた。一方、予め重量 $W_a$ (g)を測定した目開き75 $\mu$ mのJIS標準篩で膨潤ゲルを含んだ生理食塩水をろ過した。水平に対して約30度程度となるように傾けた状態で30分間放置して、吸水性樹脂から余剰の生理食塩水を除いて膨潤ゲルを含んだ篩の重量 $W_b$ (g)を測定した後、吸水量を式：

$$〔生理食塩水吸水量（g/g）〕 = （Wb - Wa） / 2$$

にしたがって求めた。

## （２）生理食塩水保水量

吸水性樹脂 2 g を、綿袋（メンブロード 60 番、横 100 mm × 縦 200 mm）中に入れ、500 mL 容のビーカー中に入れた。綿袋に生理食塩水 500 g を一度に注ぎ込み、吸水性樹脂のママコが発生しないように生理食塩水を分散させた。綿袋の上部を輪ゴムで縛り、1 時間放置して、吸水性樹脂を十分に膨潤させた。遠心力 167 G になるよう設定した脱水機（国産遠心機株式会社製 H-122）を用いて綿袋を 1 分間脱水して、脱水後の膨潤ゲルを含んだ綿袋の重量  $W_c$  (g) を測定した。吸水性樹脂を添加せずに同様の操作を行い、綿袋の湿潤時空重量  $W_d$  (g) を測定し、保水量を式：

$$〔生理食塩水保水量（g/g）〕 = （W_c - W_d） / 2$$

にしたがって求めた。

## （３）0.49 kPa の加圧下における吸水開始から 60 分経過後の生理食塩水吸水量

吸水性樹脂の 490 Pa の加圧下における吸水開始から 60 分経過後の生理食塩水吸水量は、図 1 に示された測定装置 X を用いて行った。

図 1 に示された測定装置 X は、電子天秤 1 と、この電子天秤 1 上に置かれたボトル 2 と、空気吸入管 3 と、導管 4 と、ガラスフィルタ 5 と、このガラスフィルタ 5 上に置かれた測定部 6 とからなっている。電子天秤 1 はコンピュータ 7 に連結され、秒単位または分単位でその重量変化を記録できるようになっている。ボトル 2 は、その内部に生理食塩水を保持するものであり、その頂部の開口部に空気吸入管 3 が入れられている一方、胴体部に導管 4 が取り付けられている。

空気吸入管 3 の下端部は、生理食塩水 8 中に没している。ガラスフィルタ 5 の直径は、25 mm である。ガラスフィルタ 5 としては、相互理化学ガラス研究所のガラスフィルター No. 1（孔径 100～160  $\mu$ m）を用いた。そして、ボトル 2 およびガラスフィルタ 5 は、導管 4 によって互いに連通している。また、ガラスフィルタ 5 は、空気吸入管 3 の下端に対して僅かに高い位置に固定されて

いる。

測定部 6 は、円筒 6 0 と、この円筒 6 0 の底部に貼着されたナイロンメッシュ 6 1 と、重り 6 2 とを有している。円筒 6 0 の内径は、20 mm である。ナイロンメッシュ 6 1 は、200 メッシュ（目開き  $75\ \mu\text{m}$ ）に形成されている。重り 6 2 の直径は 19 mm、重量は 14.2 g である。そして、ナイロンメッシュ 6 1 上に所定量の吸水性樹脂 9 が均一に撒布されるようになっている。重り 6 2 は、吸水性樹脂 9 上に置かれ、吸水性樹脂 9 に対して 0.49 kPa の荷重を加えることができるようになっている。

このような構成の測定装置 X では、まずボトル 2 に所定量の生理食塩水 8 および空気吸入管 3 を入れて測定の準備を行う。次いで、円筒 6 0 のナイロンメッシュ 6 1 上に 0.1 g の吸水性樹脂 9 を均一に撒布して、この吸水性樹脂 9 上に重り 6 2 を置いた。測定部 6 は、その中心部がガラスフィルタ 5 の中心部に一致するようにしてガラスフィルタ 5 上に置いた。

一方、電子天秤 1 に連結されているコンピュータ 7 を起動し、吸水し始めた時点から継続的に、ボトル 2 内の生理食塩水の減少重量（吸水性樹脂 9 が吸水した生理食塩水の重量） $W_e$  (g) を、電子天秤 1 から得られる値に基づいて、分単位好ましくは秒単位にてコンピュータ 7 に記録した。吸水開始から 60 分経過後、0.49 kPa の加圧下における生理食塩水吸水量は、60 分経過後の重量  $W_e$  (g) を吸水性樹脂 9 の重量 (0.1 g) で除することにより算出した。

(4) 2.07 kPa の加圧下における吸水開始から 60 分経過後の生理食塩水吸水量

前記 (3) の測定方法において、重り 6 2 の重量を 14.2 g から 59.8 g に変更した以外は、前記 (3) と同様の測定を行い、2.07 kPa の加圧下における吸水開始から 60 分経過後の生理食塩水吸水量を求めた。

(5) 重量平均粒子径

吸水性樹脂 100 g を秤量し、これを JIS-Z8801-1982 対応の 8 つの標準篩（上から目開き  $850\ \mu\text{m}$ 、 $500\ \mu\text{m}$ 、 $355\ \mu\text{m}$ 、 $300\ \mu\text{m}$ 、 $250\ \mu\text{m}$ 、 $180\ \mu\text{m}$ 、 $106\ \mu\text{m}$ 、底容器の順番に積み重ねた）の一番上の

篩に吸水性樹脂を入れ、ロータップ式篩振動器を用いて10分間振動させて篩い分けした後に篩い毎に秤量し、その結果に基づいて積算重量が50%になる粒子径を式：

〔重量平均粒子径 ( $\mu\text{m}$ )〕 =  $\{ (50 - A) / (D - A) \} \times (C - B) + B$  にしたがって求めた。なお、式中、Aは、粒度の粗い方から順次重量を積算し、積算重量が50重量%未満であり、かつ50重量%に最も近い点の積算値を求めた場合の当該積算値 (g) であり、また、Bは、当該積算値を求めたときの篩目開き ( $\mu\text{m}$ ) である。

また、Dは、粒度の粗い方から順次重量を積算し、積算重量が50重量%以上であり、かつ50重量%に最も近い点の積算値を求めた場合の当該積算値 (g) であり、また、Cは、当該積算値を求めたときの篩目開き ( $\mu\text{m}$ ) である。

#### (6) 渦時間

100mL容のビーカーに、 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ の範囲に調整された生理食塩水  $50 \pm 0.01\text{g}$  を量り取り、マグネチックスターラーバー (8mm×30mmのリング無し) を投入し、マグネチックスターラー (iuchi社製：HS-30D) の上に配置した。引き続き、マグネチックスターラーバーを600ppmで回転するように調整し、さらにマグネチックスターラーバーの回転によって生じた渦の底部は、マグネチックスターラーバーの上部近くになるように調整した。

次に、前記(5)重量平均粒子径の測定において、目開き  $355\mu\text{m}$  と  $300\mu\text{m}$  の篩の上に残った吸水性樹脂を混合したもの  $1.0 \pm 0.002\text{g}$  を、ビーカー中の渦中央とビーカー側面の間に素早く流し込み、流し込んだ時点から渦が収束した時点までの時間 (秒) を、ストップウォッチを用いて測定した。

表 1

製造例 番号	生理食塩水		加圧下における生理食塩水 吸水量 (g/g)		重量 平均 粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	渦時間 (秒)
	吸水量 (g/g)	保水量 (g/g)	0. 49kPa の加圧下	2. 07kPa の加圧下		
1	6 2	4 1	4 5	3 2	3 6 7	1 1 4
2	8 3	6 3	6 5	3 7	3 5 5	7 7
3	7 2	5 6	5 7	3 5	3 8 6	7 5
4	5 5	3 5	4 2	3 0	3 9 9	1 5 3
5	7 2	5 2	7 1	3 2	3 2 2	9 5
6	9 7	7 7	7 9	3 2	3 4 4	8 8
7	8 1	6 1	6 6	3 4	3 3 5	7 9
8	9 4	7 4	6 9	3 0	3 9 8	8 2
9	9 8	7 8	7 7	2 8	3 8 7	8 9
10	7 7	5 7	5 8	3 5	3 7 8	7 7
11	5 0	3 0	3 9	3 1	3 7 7	1 3 7
12	7 6	7 3	5 1	1 0	3 9 9	1 2 5

## 実施例 1

製造例 2 で得られた吸水性樹脂 (B) 6 g と粉碎パルプ 10 g をミキサーを用いて乾式混合したものを、大きさが 40 cm × 10 cm で重さが 1 g のティッシュに吹き付けた後に、同じ大きさおよび重さのティッシュを上部から重ねてシート状にし、これの全体に 196 kPa の荷重を 30 秒間加えてプレスすることにより、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量% の吸収体を得た。得られた吸収体を大きさ 40 cm × 12 cm、坪量 20 g/cm<sup>2</sup> のポリエチレン製エアスルー型多孔質液体透過性シートと、同じ大きさ、同じ坪量のポリエチレン製不透過性シート

で挟み付けることにより吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%の吸収体がいれた吸収性物品を得た。同様に、吸水性樹脂 (B) 10 g と粉碎パルプ 10 g を用いて吸水性樹脂濃度が 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 2

実施例 1 において、製造例 3 で得られた吸水性樹脂 (C) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 3

実施例 1 において、製造例 5 で得られた吸水性樹脂 (E) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 4

実施例 1 において、製造例 6 で得られた吸水性樹脂 (F) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 5

実施例 1 において、製造例 7 で得られた吸水性樹脂 (G) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 6

実施例 1 において、製造例 8 で得られた吸水性樹脂 (H) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体お



よびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 7

実施例 1 において、製造例 9 で得られた吸水性樹脂 (I) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 実施例 8

実施例 1 において、製造例 10 で得られた吸水性樹脂 (J) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 比較例 1

実施例 1 において、製造例 1 で得られた吸水性樹脂 (A) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 比較例 2

実施例 1 において、製造例 4 で得られた吸水性樹脂 (D) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 比較例 3

実施例 1 において、製造例 11 で得られた吸水性樹脂 (K) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 37.5 重量%と 50 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 比較例 4

実施例 1 において、製造例 1 2 で得られた吸水性樹脂 (L) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、吸水性樹脂濃度が 3 7. 5 重量%と 5 0 重量%の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を得た。

#### 参考例

製造例 1 1 で得られた吸水性樹脂 (K) 1 8 g と粉砕パルプ 1 0 g をミキサーを用いて乾式混合したものを、大きさが 4 0 c m × 1 0 c m で重さが 1 g のティッシュに吹き付けた後に、同じ大きさおよび重さのティッシュを上部から重ねてシート状にし、これの全体に 1 9 6 k P a の荷重を 3 0 秒間加えてプレスすることにより、吸水性樹脂濃度が 6 4. 3 重量%の吸収体を得た。得られた吸収体を大きさ 4 0 c m × 1 2 c m、坪量 2 0 g / c m<sup>2</sup> のポリエチレン製エアスルー型多孔質液体透過性シートと、同じ大きさ、同じ坪量のポリエチレン製不透過性シートで挟み付けることにより吸水性樹脂濃度が 6 4. 3 重量%の吸収体を用いられた吸収性物品を得た。

次に、得られた吸収性物品を以下の方法にしたがって評価した。吸水性樹脂濃度が 3 7. 5 重量%の吸収体を用いられた吸収性物品の結果を表 2、吸水性樹脂濃度が 5 0 重量%の吸収体を用いられた吸収性物品および参考例で得られた吸収性物品の結果を表 3 に示す。

#### (a) 人工尿の調製

1 0 L 容の容器に、塩化ナトリウム 6 0 g、塩化カルシウム二水和物 1. 8 g、塩化マグネシウム六水和物 3. 6 g および適量の蒸留水を入れ、完全に溶解した。次いで、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル 0. 0 2 g を添加し、更に蒸留水を追加して、水溶液全体の重量を 6 0 0 0 g に調製した。さらに、少量の青色 1 号で着色して、人工尿とした。

#### (b) 浸透時間

吸収性物品の中心付近に、内径 3 c m の円筒型シリンダーを置き、その中に恒温水槽内で 2 5 ± 0. 2 °C に保持しておいた人工尿 5 0 m L を注ぎ込むと同時に

、ストップウォッチをスタートさせ、人工尿が完全に吸収性物品に浸透するまでの時間を測定した（１回目）。次に、前記シリンダーをはずし、吸収性物品をそのままの状態に保存し、１回目の人工尿注入開始から３０分経過後に、再び同じ位置に前記シリンダーを置き、人工尿５０ｍＬを注ぎ込むと同時に、ストップウォッチをスタートさせ、人工尿が完全に吸収性物品に浸透するまでの時間を測定した（２回目）。さらに、同様の方法にて、吸水性樹脂濃度が３７．５重量％の吸収体が用いられた吸収性物品は３回目まで、吸水樹脂濃度が５０重量％の吸収体が用いられた吸収性物品および参考例で得られた吸収性物品は５回目まで浸透時間を測定した。

#### （ｃ）逆戻り量

前記浸透時間の測定終了から６０分経過後、１０ｃｍ×１０ｃｍに裁断したろ紙（東洋ろ紙Ｎｏ．２）を重ねて約８０ｇ分とし、乾燥重量（ｇ）を測定した。ろ紙を吸収性物品中央部に置き、その上から５ｋｇの重り（底面積＝１０ｃｍ×１０ｃｍ）を載せて５分間加重した後、重りをはずして逆戻り液を吸収した濾紙の重量（ｇ）を測定した。逆戻り液を吸収した濾紙の重量（ｇ）から乾燥濾紙の重量（ｇ）を差し引くことにより、逆戻り量を算出した。

#### （ｄ）拡散長

前記逆戻り量の測定後５分以内に、人工尿が浸透したそれぞれの吸収性物品の長手方向の拡がり寸法（ｃｍ）を測定した。なお、小数点以下の数値は四捨五入した。

表 2

実施例 番号	吸水性樹脂濃度が 3.7. 5 重量%の吸収体を用いられた吸収性物品					
	浸 透 時 間 (秒)				逆戻り量 (g)	拡散長 (cm)
	1 回目	2 回目	3 回目	合計		
実施例 1	3 2	3 1	3 5	9 8	2 4. 4	2 9
2	2 9	2 9	3 5	9 3	2 9. 2	3 0
3	2 7	3 2	4 0	9 9	3 5. 0	2 7
4	3 4	3 4	3 6	1 0 4	1 7. 0	2 7
5	3 2	3 0	3 3	9 5	2 5. 5	3 0
6	3 5	3 2	3 6	1 0 3	2 2. 0	2 8
7	3 6	3 3	3 7	1 0 6	1 9. 0	2 9
8	3 1	3 2	3 4	9 7	2 2. 0	2 8
比較例 1	3 0	2 7	3 8	9 5	4 8. 0	2 8
2	2 7	3 5	4 2	1 0 4	6 5. 9	3 1
3	3 1	2 5	4 0	9 6	5 4. 7	3 0
4	3 3	3 0	4 8	1 1 1	2 6. 9	2 6

表 3

実施例 番号	吸水性樹脂濃度が50重量%の吸収体を用いられた吸収性物品							
	浸透時間(秒)						逆戻り量 (g)	拡散長 (cm)
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	合計		
実施例 1	22	20	23	26	34	125	28.7	22
2	21	19	24	28	35	127	30.0	23
3	24	22	25	28	32	131	22.9	21
4	24	21	21	27	33	126	10.5	20
5	23	21	21	26	33	124	19.2	23
6	25	23	24	25	34	131	17.8	24
7	27	20	25	30	34	136	12.8	22
8	22	22	24	27	34	129	14.0	23
比較例 1	20	17	21	27	39	124	47.3	24
2	19	15	18	28	49	129	61.5	27
3	20	18	22	26	37	123	48.2	24
4	21	20	24	28	50	143	22.6	22
参考例	21	18	22	28	37	126	14.2	23

表2および3に示された結果から、実施例1～8の吸収体およびそれが用いられた吸収性物品は、吸収体中の吸水性樹脂の量を多くすることなく、逆戻り量が少なく、浸透速度が速く、拡散長が大きくなっていることわかる。

#### 産業上の利用可能性

本発明によると、吸収体中の吸水性樹脂の量を多くすることなく、水性液体の

逆戻り量が少なく、浸透速度が速く、拡散性に優れた吸収体およびそれが用いられた吸収性物品を提供することができる。したがって、吸収体および吸収性物品の薄型・軽量化を達成することが可能となる。

## 請求の範囲

1. 吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体であって、前記吸水性樹脂の生理食塩水吸水量（a）が60～100 g/g、生理食塩水保水量（b）が45～80 g/gであり、生理食塩水吸水量（a）および生理食塩水保水量（b）が式：

$$〔生理食塩水吸水量（a）〕 \geq 〔生理食塩水保水量（b）〕 + 15$$

の関係を満足することを特徴する吸収体。

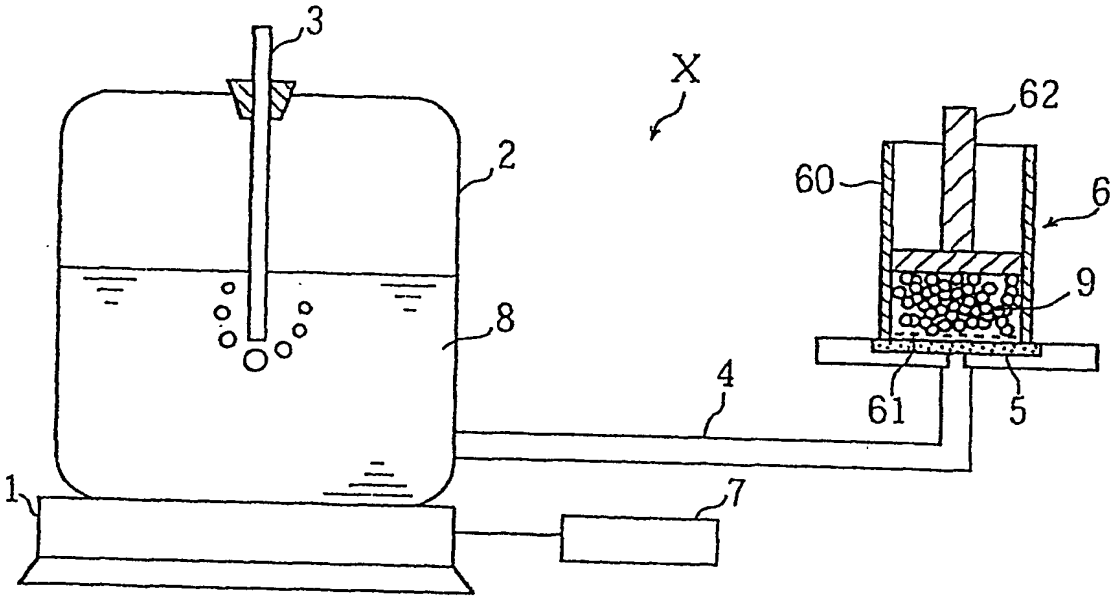
2. 吸水性樹脂の0.49 kPaの加圧下における生理食塩水吸水量が、吸水開始から60分経過後において、55 g/g以上である請求項1記載の吸収体。

3. 吸水性樹脂の2.07 kPaの加圧下における生理食塩水吸水量が、吸水開始から60分経過後において、20 g/g以上である請求項1または2記載の吸収体。

4. 吸水性樹脂の渦時間が100秒以内である請求項1～3いずれか記載の吸収体。

5. 請求項1～4いずれか記載の吸収体を、液体透過性シートと液体不透過性シートとの間に保持してなる吸収性物品。

図 1





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/008377

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> A61F13/53, A61L15/60, B01J20/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> A61F13/15-53, A61L15/60, B01J20/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 8-57311 A (Nippon Shokubai Co., Ltd.), 05 March, 1996 (05.03.96), Claims; Par. Nos. [0028] to [0035], [0056] to [0064] & WO 95/034377 A & EP 712659 A	1-5
Y	JP 2003-88551 A (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.), 25 March, 2003 (25.03.03), Claims; Par. Nos. [0025], [0030] to [0056] (Family: none)	1-5
Y	JP 6-254118 A (Kimberly-Clark Corp.), 13 September, 1994 (13.09.94), Tables 4, 5 & EP 615736 A & US 5601542 A	4

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
06 July, 2004 (06.07.04)

Date of mailing of the international search report  
20 July, 2004 (20.07.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/008377

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 9-276391 A (Kao Corp.), 28 October, 1997 (28.10.97), Claims; Par. Nos. [0021], [0028], [0043] (Family: none)	1-5
A	JP 2003-88553 A (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.), 25 March, 2003 (25.03.03), Claims; Par. Nos. [0034] to [0064] (Family: none)	1-5
A	JP 7-88171 A (Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 04 April, 1995 (04.04.95), & EP 629411 A	1-5

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>7</sup> A61F13/53, A61L15/60, B01J20/26

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>7</sup> A61F13/15-53, A61L15/60, B01J20/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2004年

日本国登録実用新案公報 1994-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 8-57311 A(株式会社日本触媒), 1996. 03. 05 特許請求の範囲, 段落【0028】 - 【0035】, 【0056】 - 【0064】等 & WO 95/034377 A & EP 712659 A	1-5
Y	JP 2003-88551 A(住友精化株式会社), 2003. 03. 25 特許請求の範囲, 段落【0025】, 【0030】 - 【0056】等 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 6-254118 A(キンバリー クラーク コーポレーション), 1994. 09. 13 【表4】, 【表5】等 & EP 615736 A & US 5601542 A	4

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 07. 2004

国際調査報告の発送日

20. 7. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

植前 津子

3B

9438

電話番号 03-3581-1101 内線 3320

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 9-276391 A(花王株式会社), 1997. 10. 28 特許請求の範囲、段落【0021】 , 【0028】 , 【0043】 等 (ファミリーなし)	1 - 5
A	JP 2003-88553 A(住友精化株式会社), 2003. 03. 25 特許請求の範囲, 段落【0034】 - 【0064】 等, (ファミリーなし)	1 - 5
A	JP 7-88171 A(三洋化成工業株式会社), 1995. 04. 04 & EP 629411 A	1 - 5